

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-095743

(43)Date of publication of application : 03.04.2003

(51)Int.Cl.

C04B 35/52

C22C 1/05

C22C 26/00

(21)Application number : 2001-288925

(71)Applicant : ISHIZUKA KENKYUSHO:KK

(22)Date of filing : 21.09.2001

(72)Inventor : ISHIZUKA HIROSHI

(54) DIAMOND SINTERED COMPACT AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a diamond sintered compact which is improved in the bonding strength of diamond particles to each other or the bonding strength by matrix material and exhibit such bonding strengthes, particularly at a high temperature, and a method of efficiently manufacturing the same.

SOLUTION: The diamond particles and the particles of a first metallic material containing metal capable of forming a carbide are densely and uniformly mixed to form a sintered material. This sintered material is housed into a high melting metal vessel and is exposed to the temperature at which the first metallic material melts under the pressure and temperature conditions within a region where diamond is thermodynamically stable, by which the first metallic material of a liquid phase and ht diamond are brought into contact with each other and a coating of the carbide of the carbide forming metal and a matrix phase containing the carbide are formed on the surfaces of the diamond particles and the integration of the sintered material by sintering is performed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-95743
(P2003-95743A)

(43) 公開日 平成15年4月3日 (2003.4.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 0 4 B 35/52	3 0 1	C 0 4 B 35/52	3 0 1 D 4 K 0 1 8
C 2 2 C 1/05		C 2 2 C 1/05	3 0 1 C
26/00		26/00	P
			A

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2001-288925(P2001-288925)

(22) 出願日 平成13年9月21日 (2001.9.21)

(71) 出願人 000147811

株式会社石塚研究所

神奈川県平塚市大神3463番地 2

(72) 発明者 石塚 博

東京都品川区荏原六丁目19番 2 号

Fターム(参考) 4K018 AD17 BC21 EA15 KA16

(54) 【発明の名称】 ダイヤモンド焼結体及びその製造法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 ダイヤモンド粒子同士の結合力又はマトリックス材料による保持力を向上させ、特に高温においてもかかる結合力乃至保持力を示すダイヤモンド焼結体、及びその効果的な製造法を提供する。

【解決手段】 ダイヤモンド粒子と、炭化物を形成しうる金属を含有する第一金属材の粒子とを密にかつ均一に混合して焼結材料とし、この焼結材料を高融点金属容器に收容して、ダイヤモンドが熱力学的に安定な領域内の圧力・温度条件であつてかつ該第一金属材が溶融する温度に供することにより、液相の上記第一金属材とダイヤモンドとを接触させて、ダイヤモンド粒子の表面に該炭化物形成金属の炭化物の被覆及び該炭化物を含有するマトリックス相を形成すると共に、該焼結材料の焼結一体化を行うことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】複数のダイヤモンド粒子をダイヤモンドが熱力学的に安定な圧力・温度条件下での焼結工程で一体化した焼結体において、隣接するダイヤモンド粒子同士が、少なくとも部分的に、該焼結工程中にダイヤモンド粒子の表面に形成された炭化物形成金属の炭化物を介して接合されていることを特徴とするダイヤモンド焼結体。

【請求項 2】複数のダイヤモンド粒子をダイヤモンドが熱力学的に安定な圧力・温度条件下での焼結工程で一体化した焼結体において、該ダイヤモンド粒子が上記焼結工程中にダイヤモンドとの反応により形成された炭化物形成金属の炭化物で被覆され、かつ該ダイヤモンド粒子同士が、少なくとも部分的にマトリックス相を介して接合され、該マトリックス相が、ダイヤモンドとの反応により形成された該炭化物形成金属の炭化物を含有することを特徴とする、ダイヤモンド焼結体。

【請求項 3】上記炭化物で被覆されたダイヤモンド粒子が 10%以上 90%以下(全体に対する容量比、以下同様)、残部が上記マトリックスである、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 4】上記炭化物形成金属が Ti、Si、Zr、Mo、W、Ta、Nb、Cr から選ばれる少なくとも 1 種を含有する、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 5】上記マトリックスが Fe、Co、Ni、Cu、Al から選ばれる添加金属を含有する、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 6】上記マトリックスが、上記焼結工程中にダイヤモンドとの反応により形成された上記炭化物形成金属の炭化物を含有する、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 7】上記ダイヤモンド粒子が 0.3~200 μm の粒径を示す、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 8】上記マトリックスがさらに、高圧相窒化ホウ素粒子、及び焼結工程において形成された炭化物形成金属の窒化物及び／又はホウ化物を含有する、請求項 1 及び 2 の各項に記載のダイヤモンド焼結体。

【請求項 9】上記ダイヤモンド焼結体が、全体として、上記炭化物形成金属を含有する材質の基板に一体化接合されてなる硬質部材。

【請求項 10】上記ダイヤモンド焼結体を、板状硬質金属材料を挟んで板面の両側に層状に接合一体化してなる硬質部材。

【請求項 11】ダイヤモンド粒子と、炭化物を形成する金属を含有する第一金属材の粒子とを密にかつ均一に混合して焼結材料とし、この焼結材料を高融点金属容器に収容して、ダイヤモンドが熱力学的に安定な領域内の圧力・温度条件であつてかつ該第一金属材が溶融する温

度に供することにより、ダイヤモンドと液相の上記第一金属材とを接触せしめて、ダイヤモンド粒子の表面に該第一金属材の炭化物の被覆及び該炭化物を含有するマトリックス相を形成すると共に、該焼結材料の焼結一体化を行うことを特徴とする、ダイヤモンド焼結体の製造法。

【請求項 12】上記第一金属材が炭化物形成金属として、Ti、Si、Zr、Mo、W、Ta、Nb、Cr から選ばれる少なくとも 1 種を含有する、請求項 11 に記載のダイヤモンド焼結体の製造法。

【請求項 13】上記第一金属材がさらに、Fe、Co、Ni、Cu、Al から選ばれる添加金属を含有する、請求項 11 に記載のダイヤモンド焼結体の製造法。

【請求項 14】上記第一金属材が炭化タングステン、炭化チタン、炭化タンタル、炭化ニオブ、炭化バナジウムから選ばれる少なくとも 1 種を含有する予め形成された炭化物及び該炭化物の結合材として該炭化物と密に混合されたコバルト、ニッケル及びこれらを主成分とする合金から選ばれる少なくとも 1 種の結合材を含有する、請求項 11 に記載のダイヤモンド焼結体の製造法。

【請求項 15】上記第一金属材がさらに低圧相又は高圧相窒化ホウ素粒子を含有する、請求項 11 に記載のダイヤモンド焼結体の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はダイヤモンド含有焼結体、特にスローアウェイチップや各種耐摩耗材等の用途に適する高温強度及び靱性の大きなダイヤモンド焼結体、及びその製造法に関する。

【0002】

【従来技術】 ダイヤモンド粒子を焼き固めた材料は、ダイヤモンド焼結体(PCD)の一般名称で、高性能の切削加工用刃具や耐摩耗材料として広く用いられている。この種の材料は、共有結合によってダイヤモンド粒子同士が相互に結合した多結晶質または直接結合型焼結体と、マトリックス中にダイヤモンド粒子が分散保持されている分散型焼結体とに大別される。前者の場合、通常は超硬合金の裏打ち材(基板)と一体に焼結され、また後者の場合、マトリックスは一般に超硬合金組成の WC-C₀ 系やその他のセラミック系で構成される。

【0003】直接結合型焼結体は、過酷な使用条件に耐えることから、切削加工用刃具として広範な用途を持つが、反面、ダイヤモンド含有層の硬度が高いことから、特にダイヤモンド焼結体においては刃具の加工に多くの工数を必要とする。

【0004】一方分散型焼結体においては、刃出しなどの成形加工が比較的容易であるというメリットを持つものの、主として、ダイヤモンド砥粒とマトリックス材料との間における接合強度が十分に大きくないことに起因する強度不足が、解決を要する課題となっている。この

課題は、工具や耐摩耗材料としてより細かな表面が要求され、また焼結体自体に高い靱性が要求されることに伴って、用いられるダイヤモンド砥粒の粒径が細くなる傾向にあることから、早急な対策が求められている。

【0005】さらに、直接結合型焼結体において溶浸材として使用されダイヤモンド粒子間に少量残留し、また分散型焼結体においてはマトリックス構成材料として通常使用されて靱性に寄与するコバルトは、切削切れ刃として使用時に高温に曝されると、自体の強度が低下することに加えて、ダイヤモンドの黒鉛化を促進する作用を持つ。このため、コバルトと接しているダイヤモンド粒子の表面では黒鉛化が進行し、切れ刃の性能が著しく低下する傾向がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 以上のような状況において、本発明の主な目的は、ダイヤモンドの直接結合型及び分散型焼結体におけるダイヤモンド粒子同士の結合力又はマトリックス材料による保持力を向上させ、特に高温においてもかかる結合力乃至保持力を示すダイヤモンド焼結体を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明によるダイヤモンド焼結体はダイヤモンドが熱力学的に安定な圧力・温度領域での焼結工程で一体化されたものであって、第一の発明においては、隣接するダイヤモンド粒子同士が、少なくとも部分的に、該焼結工程においてダイヤモンド粒子の表面に形成された炭化物形成金属の炭化物を介して接合されていることを特徴とする。

【0008】また第二の発明においては、ダイヤモンド粒子が上記焼結工程中にダイヤモンドとの反応により形成された炭化物形成金属の炭化物で被覆され、かつ該ダイヤモンド粒子同士が、少なくとも部分的にマトリックス相を介して接合され、該マトリックス相が、ダイヤモンドとの反応により形成された該炭化物形成金属の炭化物を含有することを特徴とする。

【0009】本発明のダイヤモンド焼結体は次のようにして効果的に得ることができる。すなわち、ダイヤモンド粒子と、炭化物を形成しうる金属を含有する第一金属材料の粒子とを密にかつ均一に混合して焼結材料とし、この焼結材料を高融点金属容器に収容して、ダイヤモンドが熱力学的に安定な領域内の圧力・温度条件であってかつ該第一金属材料が溶融する温度に供する。第一金属材料とダイヤモンドとの反応によって炭化物を形成する反応は固相間でも進行するが、第一金属材料の液相が生じることによって反応は速やかに進行し、ダイヤモンド粒子の表面に該第一金属材料の炭化物の被覆及び該炭化物の粒子を形成すると共に、該焼結材料の焼結一体化を行うものである。

【0010】

【発明を実施するための形態】 上記各焼結体におい

て、炭化物で被覆されたダイヤモンド粒子の含有量は焼結体全体に対する容量比において10%以上90%以下とするのが適当である。

【0011】上掲両発明において、第一金属材料としては顕著な炭化物形成能を示すTi、Si、Zr、Mo、W、Ta、Nb、Cr等が適切で、これらは単独で又は組み合わせて用いられる。

【0012】分散型焼結体においては、マトリックスは、上記第一金属にさらに、Fe、Co、Ni、Cu、Al又はこれらの金属を主成分とする合金を添加金属材料として単独又は組み合わせて添加することによって、融点乃至液相発生温度を低下させることができる。Cuを使用する場合には、例えばモネルメタル、ハステロイ、Cu-Be合金等のように合金として使用することにより、Cuのマトリックス中での遊離を防止する。

【0013】本発明の焼結体においてマトリックスは本質的に、Ti、Si、Cr等の炭化物形成金属及び添加金属、並びに炭化物形成金属(Fe、Co、Ni等の添加金属を固溶している)の炭化物で構成されている。この炭化物は、焼結工程中に、添加金属を溶解した炭化物形成金属とダイヤモンド粒子との反応によって形成され、ダイヤモンド粒子表面の被覆層として、あるいは炭化物粒子としてマトリックス中に分布してマトリックスを補強する。

【0014】添加金属として含有されているFe、Co、Niは、本来ダイヤモンドに対しては常圧高温下で黒鉛化を促進する作用を持つので工具としての用途には向かないと考えられてきたが、本発明においてはダイヤモンド粒子を被覆している金属炭化物が高温における保護膜として機能することにより、問題なく使用できる。

【0015】マトリックスには、焼結工程中に形成された金属の窒化物やホウ化物を分布させるのも、同様に補強効果が得られるので、有用である。このためには上記焼結材料中に、第一金属材料と共に、窒素源及びホウ素源として六方晶(低圧相)または立方晶又はウルツ鉱型(高圧相)窒化ホウ素を混入させる。

【0016】焼結工程において金属の炭化物、或いは更に窒化物及び／又はホウ化物を形成させる場合、これらの反応は発熱反応であるので、反応熱を金属の溶融に利用することができる。

【0017】ダイヤモンド含有量の少ない焼結体においては、マトリックスの強化のために、予め形成された炭化物の形で、例えば炭化タングステン(WC)、炭化チタン、炭化タンタル、炭化ニオブ、炭化バナジウム等を単独で、あるいは組み合わせて、焼結材料に添加しておくことも有効である。この場合、これらの炭化物粒子を結合するための結合材金属としてコバルトやニッケルの粉を、炭化物の粉と充分に混合しておく。

【0018】本発明において使用するダイヤモンド粒子の粒径は特に制限されないが、公称粒度が0.3~200 μ

m、特に0.5~50 μ mのものにおいて接合力の向上が顕著である。

【0019】以上のように構成されるダイヤモンド焼結体はさらに全体として、高靱性や高融点、ロウ付け性等、特定の性質を持つ材質の基板と焼結工程中に、あるいはプレスから取出し後常圧下でのロウ付けなどにより接合して、硬質部材とすることも有用である。基板の材質と接合方法は用途によって変動しうる。

【0020】材質としては超硬合金、ハイス、ダイス鋼、SKD鋼、モネルメタル、Ti-4Al-4Mn、Ti-6Al-4V、Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Moのような高(引張り)強度合金材等が利用可能である。例えば上掲チタン合金の基板を用いる場合、強靱さ、軽さ、耐摩耗性を併せ持つ硬質の構造材料を得ることができる。

【0021】次に本発明を実施例によってより詳細に説明する。

【0022】

【実施例1】(直接結合型) 呼び名30-40 μ mのダイヤモンド粒子とTi-8.5mass%Si粉末との、容量比で85:15の混合物を調合し焼結材料とした。この焼結材料450gを、内径、高さ、肉厚がそれぞれ75mm、50mm、0.15mmの円筒状容器に入れ、頂部に直径75mm厚さ0.2mm *

*の、金属チタンの円板を載せ、容器先端を折り曲げて密閉した。

【0023】上記容器を耐火物製反応室に入れ、また周囲に黒鉛ヒーターを配置して、全体を一軸加圧式のプレスに装填し、1400℃、6GPaの温度・圧力条件下に15分間供した。冷却・除圧後反応物をプレスから回収した。耐火物などを除去して焼結体を単離した。

【0024】容器材を研磨除去して得られた焼結体の表面の硬さはマイクロビッカース硬度において4570 kgf/m²であり、顕微鏡で観察すると、ダイヤモンド粒子同士が、ダイヤモンド粒子表面の炭化物相を介して良好に接合されていた。

【0025】

【実施例2】(分散型) 各種の炭化物形成金属と添加金属との組合せによる焼結反応を行った。焼結工程の圧力・温度条件はすべて5.5GPa及び1300℃で、基板と一体化したダイヤモンド焼結体を形成する反応では焼結体の厚さは1mm以下であった。用いた配合条件と結果とを、作製した工具の種類と共に下表に要約する。なお表中Dはダイヤモンド、Mは金属分を表す。

【0026】

【表1】

No.	D 粒径 μ m	容量 %		金属成分質量比			容器材	基板材/ 基体	用途例
		D	M	(炭化物形成金属)-(添加金属)	残				
1	30/40	80	20	(70Ti-3Cr)-(2.5Ni-2Co)			Ti	--	切削工具
2	4/8	70	30	(50Ti)-(45Ni)	C ₂ S ₂		Ti	--	切削工具
3	12/25	60	40	(50Ti-5Zr)-(3.5Ni-10Co)			Ti	--	
4	20/30	25	75	(40Ti-20Si)-(20Ni-15Co-5Fe)			Ti	Ti	
5	8/16	60	60	(60Ti)-(3.5Ni-5Al)			Ti	6Al-4V-Ti	表面硬化Ti板
6	8/16	60	60	(55Ti-23Mo-2Nb)-(20Ni)			Mo	--	切削工具
7	5/12	60	60	(55Ti-22Mo-3Ta)-(20Ni)			Mo	--	切削工具
8	12/25	40	60	(20Ti)-(60Ni-20Cu)			Ti	Ni	
9	12/25	60	60	(30Ti)-(42Ni-20Cu-2Si-1Fe)	c-BN		Ti	--	
10	5/12	25	75	(20Ti)-(30Ni-27Cu-3Al)			Ti	Ni	
11	2/4	20	80	(10Ti-75W)-(1.5Co)			Ti	WC-Co	丸刃
12	5/12	30	70	(20W-30Cr)-(50Co)			Ti	SUS	丸刃
13	12/25	30	70	(2Si-19W-31Cr)-(46Co-2Fe)			Ti	--	
14	8/16	40	60	(10Ti-10W)	WC		Ti	WC-Co	レースセンサー

【0027】

【発明の効果】 本発明においては、ダイヤモンドの表面に炭化物の被覆を形成することにより、被覆層を介して、ダイヤモンド粒子同士、或いはダイヤモンド粒子とマトリックス材料との間に化学結合が得られることから、ダイヤモンド粒子と結合材ないしマトリックス材との接合強度が向上し、焼結体の強度、耐摩耗性能が向上

する。

【0028】またダイヤモンドの表面に形成された炭化物の被覆は、ダイヤモンドの黒鉛への転換を阻止する保護膜として機能することから、本発明による焼結体を切削工具に適用した場合には、高温においても刃先の性能が維持される。